

(19)日本国特許庁 (J P)

## (12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平9-48668

(43)公開日 平成9年(1997)2月18日

(51)Int.Cl. <sup>4</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 4 B 35/581			C 0 4 B 35/58	1 0 4 H
H 0 1 L 21/205			H 0 1 L 21/205	
21/3065			21/324	H
21/324				Z
		0380-3K	H 0 5 B 3/02	B
審査請求 未請求 請求項の数9 F D (全 14 頁) 最終頁に続く				

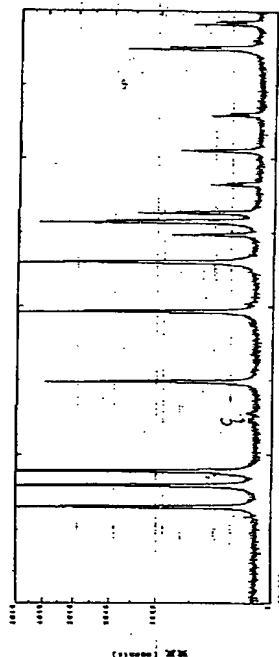
(21)出願番号	特願平7-218158	(71)出願人	000004064 日本碍子株式会社 愛知県名古屋市長瀬区須田町2番56号
(22)出願日	平成7年(1995)8月3日	(72)発明者	小林 廣道 愛知県名古屋市長瀬区須田町2番56号 日 本碍子株式会社内
		(72)発明者	別所 裕樹 愛知県名古屋市長瀬区須田町2番56号 日 本碍子株式会社内
		(72)発明者	森 行正 愛知県名古屋市長瀬区須田町2番56号 日 本碍子株式会社内
		(74)代理人	弁理士 杉村 暁秀 (外5名)

(54)【発明の名称】 窒化アルミニウム焼結体、その製造方法および半導体製造用装置

## (57)【要約】

【課題】窒化アルミニウム焼結体に焼結助剤や黒色化剤のような金属化合物、特に重金属化合物を添加することなく、窒化アルミニウム焼結体の明度を小さくし、その色を黒色に近づけること。

【解決手段】窒化アルミニウム焼結体の主結晶相のX線回折チャートにおいて、主結晶相である窒化アルミニウムのピークの他に、X線回折角度 $2\theta = 44^\circ \sim 45^\circ$ にカーボンのピークが検出されることを特徴とする。好ましくは、窒化アルミニウム焼結体の結晶相が、AlNの主結晶相と、ALONからなる副結晶相と、カーボン相とを備えており、 $(AlN)_x (Al_2O_3)_{1-x}$ 相を実質的に含有せず、JIS Z 8721に規定する明度がN4以下であり、窒化アルミニウム焼結体に含有されている炭素原子の割合が500ppm~5000ppmである。



【特許請求の範囲】

【請求項1】窒化アルミニウムのX線回折チャートにおいて、主結晶相である窒化アルミニウムピークの他に、X線回折角度 $2\theta = 44^\circ \sim 45^\circ$ にカーボンのピークが検出されることを特徴とする、窒化アルミニウム焼結体。

【請求項2】前記主結晶相と、ALONからなる副結晶相と、カーボン相とを備えていることを特徴とする、請求項1記載の窒化アルミニウム焼結体。

【請求項3】 $(AlN)_x (Al_2O_3)_{1-x}$ 相を実質的に含有せず、JIS Z 8721に規定する明度がN4以下であることを特徴とする、請求項1または2記載の窒化アルミニウム焼結体。

【請求項4】前記窒化アルミニウム焼結体に含有されている炭素原子の割合が500ppm～5000ppmであることを特徴とする、請求項1～3のいずれか一つの請求項に記載の窒化アルミニウム焼結体。

【請求項5】請求項1～4のいずれか一つの請求項に記載の窒化アルミニウム焼結体を基材として使用していることを特徴とする、半導体製造用装置。

【請求項6】炭素含有量が500ppm～5000ppmである窒化アルミニウム粉末からなる原料を、1730℃以上、1920℃以下の温度および80kg/cm<sup>2</sup>以上の圧力で焼結させることによって窒化アルミニウム焼結体を得ることを特徴とする、窒化アルミニウム焼結体の製造方法。

【請求項7】窒化アルミニウム粉末に対して、炭素または炭素源となる化合物を添加することによって、炭素含有量が500ppm～5000ppmである窒化アルミニウム粉末からなる前記原料を製造することを特徴とする、請求項6記載の窒化アルミニウム焼結体の製造方法。

【請求項8】炭素含有量が異なる複数種の窒化アルミニウム粉末を混合することによって、炭素含有量が500ppm～5000ppmである窒化アルミニウム粉末からなる前記原料を製造することを特徴とする、請求項6記載の窒化アルミニウム焼結体の製造方法。

【請求項9】前記第二の窒化アルミニウム粉末を還元窒化法によって製造することを特徴とする、請求項8記載の窒化アルミニウム焼結体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の技術分野】本発明は、窒化アルミニウム焼結体およびその製造方法に関するものであり、またこうした窒化アルミニウム焼結体を基材として利用した半導体製造用装置に関するものである。

【0002】

【従来の技術】エッチング装置、化学的気相成長装置等の半導体装置においては、いわゆるステンレスヒーターや、間接加熱方式のヒーターが一般的であった。しか

し、これらの熱源を用いると、ハロゲン系腐食性ガス の作用によってパーティクルが発生することがあり、また熱効率が悪かった。こうした問題を解決するため、本出願人は、緻密質セラミックス基材の内部に、高融点金属からなるワイヤーを埋設したセラミックスヒーターを開示した(特開平3-261131号公報)。このワイヤーは、円盤状基材の内部で螺旋状に巻回されており、かつこのワイヤーの両端に端子を接続する。こうしたセラミックスヒーターは、特に半導体製造用として優れた特性を有していることが判った。

【0003】セラミックスヒーターの基体を構成するセラミックスとしては、窒化珪素、窒化アルミニウム、サイアロン等の窒化物系セラミックスが好ましいと考えられている。また、セラミックスヒーター上にサセプターを設置し、このサセプターの上に半導体ウエハーを設置して、半導体ウエハーを加熱する場合がある。本出願人は、こうしたセラミックスヒーターやサセプターの基材として、窒化アルミニウムが好ましいことを開示した(特開平5-101871号公報)。特に半導体製造装置においては、エッチングガスやクリーニングガスとして、CF<sub>4</sub>等のハロゲン系腐食性ガスを多用するが、これらのハロゲン系腐食性ガスに対する耐蝕性の点で、窒化アルミニウムがきわめて高度の耐食性を有していることが確認されたからである。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】しかし、窒化アルミニウム焼結体自体は、一般的に白色又は灰白色を呈するという特徴がある。しかし、前記のようなヒーター、サセプターとして使用される基材は、黒色であることが望まれる。黒色の基材の方が、白色の基材よりも輻射熱量が多く、加熱特性が優れているからである。また、こうした種類の製品においては、白色や灰色の基材を使用すると、製品の表面に色ムラが出やすいという欠点があり、改善が要求されていた。更に、顧客の嗜好という点で、白色や灰色の基材よりも、黒色、黒褐色、黒灰色等の黒色度の高い、明度の小さな基材が望まれている。しかも、白色や灰色の基材は、輻射特性が劣っている。

【0005】窒化アルミニウム焼結体を黒色にするためには、原料粉末中に適切な金属元素(黒色化剤)を添加し、これを焼成して、黒色の窒化アルミニウム焼結体を製造することが知られている(特公平5-64697号公報)。この添加物としては、タングステン、酸化チタン、ニッケル、パラジウム等が知られている。

【0006】しかし、このように、金属元素を黒色化剤として窒化アルミニウム焼結体中に添加すると、この添加物の影響により、当然、窒化アルミニウム焼結体中の金属不純物の含有量が大きくなる。特に、半導体製造プロセスにおいては、窒化アルミニウム焼結体中に、Ia族元素、IIa族元素、遷移金属元素が存在していると、たとえその存在量が微量であっても、半導体ウエハ

10

20

30

40

50

一や装置自体に対して、重大な悪影響を与える（例えば、半導体の欠陥等の原因となりうる）。このため、上記のような黒色化剤を添加することなく、窒化アルミニウム焼結体の明度を小さくすることが求められている。

【0007】本発明の課題は、窒化アルミニウム焼結体に焼結助剤や黒色化剤のような金属化合物、特に重金属化合物を添加することなく、窒化アルミニウム焼結体の明度を小さくし、その色を黒色に近づけることである。

【0008】

【課題を解決するための手段】本発明は、窒化アルミニウムのX線回折チャートにおいて、主結晶相である窒化アルミニウムのピークの他に、X線回折角度 $2\theta = 44^\circ \sim 45^\circ$ にカーボンのピークが検出されることを特徴とする、窒化アルミニウム焼結体に係るものである。

【0009】また、本発明は、半導体製造用装置において、窒化アルミニウム焼結体を基材として使用していることを特徴とする。また、本発明は、炭素含有量が500ppm～5000ppmである窒化アルミニウム粉末からなる原料を、1730℃以上、1920℃以下の温度および80kg/cm<sup>2</sup>以上の圧力で焼結させることによって窒化アルミニウム焼結体を得ることを特徴とする、窒化アルミニウム焼結体の製造方法に係るものである。

【0010】本発明者は、窒化アルミニウム焼結体を研究する過程で、アルミニウム以外には黒色化剤等の金属元素をほとんど含有しておらず、しかも、特に好ましくはJIS Z 8721に規定する明度がN4以下の黒色を呈する、きわめて明度の低い黒灰色ないし黒褐色の窒化アルミニウム焼結体を製造することに成功した。

【0011】こうした窒化アルミニウム焼結体によれば、好適な態様においては、JIS Z 8721に規定する明度がN4以下の黒色を呈しているため、輻射熱が大きく、加熱特性が優れている。従って、セラミックヒーター、サセプター等の発熱材を構成する基材として、好適である。しかも、アルミニウムを除く金属元素の含有量を非常に少なくすることができるので、半導体汚染等を起こすおそれがない。特に、半導体製造プロセスにおいて、半導体ウエハーや装置自体に対して悪影響を与えるおそれがない。しかも、本発明の窒化アルミニウム焼結体の表面では、色ムラがほとんど目立つことはなく、窒化アルミニウム焼結体の外観がきわめて良好となるし、しかも黒色度が高いことから、著しく商品価値が向上した。

【0012】具体的に説明すると、本発明者は、炭素含有量が500ppm～5000ppmである窒化アルミニウム粉末からなる原料を準備し、これをホットプレス法によって、1730℃以上の温度および80kg/cm<sup>2</sup>以上の圧力で焼結させた。これによって、前記したように明度の小さい、黒褐色や黒灰色の窒化アルミニウム基材を製造することに成功した。

【0013】ここで、炭素含有量が500ppm～5000ppmである窒化アルミニウム粉末からなる原料を準備するためには、次の方法がある。

(1) 窒化アルミニウム粉末に対して、炭素源を所定量添加することによって、粉末中の炭素含有量を500～5000ppmに調整する。

(2) 炭素含有量が異なる複数種の窒化アルミニウム粉末を互いに混合混合することによって、炭素含有量が500ppm～5000ppmである窒化アルミニウム粉末からなる原料を製造する。この際には、3種類以上の窒化アルミニウム粉末を混合することができる。しかし、好適例では、炭素含有量が相対的に少ない第一の窒化アルミニウム粉末と、炭素含有量が相対的に多い第二の窒化アルミニウム粉末とを混合することによって、炭素含有量が500ppm～5000ppmである窒化アルミニウム粉末からなる原料を製造する。

【0014】このように、所定割合の炭素を含有する窒化アルミニウム粉末を、高い圧力と所定範囲の温度下において焼結させることによって、明度の低い窒化アルミニウム焼結体を安定して製造することに成功した。ここで、炭素の割合が500ppm未満であると、焼結体の明度が大きくなり、また5000ppmを越えると、窒化アルミニウム焼結体の相対密度が低くなり、92%未満となり、その色調が灰色になった。

【0015】また、焼成温度が1730℃未満であると、焼結体の緻密化が十分ではなく、窒化アルミニウム焼結体が白色となり、明度も7以上にまで上昇することが判った。上記粉末の焼成温度が1920℃を越えると、やはりポリタイプ相が発生し、窒化アルミニウム焼結体の明度が上昇した。この焼成温度が1750～1900℃の範囲で、特に窒化アルミニウム焼結体の明度が減少した。

【0016】また、焼成時の圧力が80kg/cm<sup>2</sup>未満となると、AlN-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>結晶相が発生したり、AlN結晶相以外にポリタイプ相が生成したりして、窒化アルミニウム焼結体の明度が上昇することがわかった。この圧力は、後述する理由から、150kg/cm<sup>2</sup>以上とすることが好ましく、200kg/cm<sup>2</sup>以上とすることが一層好ましい。ただし、この圧力は、実際の装置の能力から見ると、0.5ton/cm<sup>2</sup>以下とすることが好ましい。

【0017】窒化アルミニウム焼結体は、JIS Z 8721に規定する明度がN3以下の黒色を呈していることが、更に好ましい。

【0018】窒化アルミニウム粉末からなる原料中には、アルミニウム以外の金属元素の添加を避けるべきであり、好ましくは100ppm以下とする。ここで「アルミニウム以外の金属元素」とは、周期律表のIa～VIIa、VIII、Ib、IIbに属する金属元素およびIIb、IVbに属する元素の一部(Si、Ga、

Ge等)をいう。

【0019】ここで、明度(lightness)について説明する。物体の表面色は、色知覚の3属性である色相、明度および彩度によって表示されている。このうち明度とは、物体表面の反射率が大いか、小さいかを判定する視覚の属性を示す尺度である。これらの3属性の尺度の表示方法は、「JIS Z 8721」に規定されている。明度Vは、無彩色を基準としており、理想的な黒の明度を0とし、理想的な白の明度を10とする。理想的な黒と理想的な白との間で、その色の明るさの知覚が等10  
歩度となるように各色を10分割し、N0～N10の記号で表示する。実際の窒化アルミニウム焼結体の明度を測定する際には、N0～N10に対応する各標準色票と、窒化アルミニウム焼結体の表面色とを比較し、窒化アルミニウム焼結体の明度を決定する。この際、原則として小数点一位まで明度を決定し、かつ小数点一位の値は0または5とする。

【0020】窒化アルミニウム焼結体の相対密度とは、〔相対密度＝嵩密度／理論密度〕の式によって定義される値であり、その単位は「%」である。

【0021】更に、本発明者は、上記と同様の条件下で、ホットアイソスタティックプレス法を使用した場合でも、前述した温度および圧力と同じ温度及び圧力条件下であれば、明度N4以下の高純度窒化アルミニウム焼結体を製造できることを確認した。

【0022】本発明者は、上記のようにして得られた窒化アルミニウム焼結体について、その黒色化が高く、明度が低くなっている理由について研究した。この結果、次の事実を見だし、本発明を完成するに至った。

【0023】即ち、明度が4以下の黒褐色または黒灰色となっている試料については、主結晶相はAlNであるが、副結晶相としてALONが生成しており、他の結晶相は見いだすことはできなかった。これについて、X線回折分析を行った結果、例えば図1に示すように、明確にカーボンのピークが現れることが判明した。これは、上記の主要なAlN結晶相およびALON結晶相の他に、カーボン相が生成していることを示している。

【0024】また、このX線回折分析チャートからは、c軸面に対応するピークは検出されなかった。これは、炭素原子からなる層状に積層する平面的構造が、僅か数層程度しか存在しておらず、このためにカーボンの厚さがきわめて薄いことを意味している。このカーボンは、AlN結晶層の粒界近辺に存在するものと考えられる。

【0025】こうした明度の低い試料を、窒素雰囲気下で、例えば1850℃で熱処理すると、図2に示すX線回折チャートから判るように、AlN結晶相は残留するが、AlON相およびカーボンのピークは消滅し、検出されなくなった。これは、AlON相の酸素やカーボンがAlN結晶粒に雇用したものと考えられる。例えば、Nサイトに酸素原子が置換し、これが短波長の光を吸収

する色中心を生成している。

【0026】また、上記の本発明の窒化アルミニウム焼結体の微構造を図3に示す。図3に示すように、AlN結晶粒内に微小なAlON結晶が存在しており、各結晶相の間にはほとんど粒界が見られず、また各結晶が接触する境界部分は緻密で隙間のない状態になっている。図4は、本発明の範囲内の窒化アルミニウム焼結体について、AlNからなる結晶の粒界部分を拡大して示す電子顕微鏡写真であり、図5は、黄白色の試料について、AlNからなる結晶の粒界部分を拡大して示す電子顕微鏡写真である。AlN結晶の間には、異相は見られない。

【0027】窒化アルミニウム粉末の製造方法としては、還元窒化法と直接窒化法とが知られている。本願発明においては、いずれの方法で作成した原料粉末を使用した場合にも、明度の低い窒化アルミニウム焼結体を製造できる。各方法で採用する化学式を、以下に列挙する。

還元窒化法： $Al_2O_3 + 3C + N_2 \rightarrow 2AlN + 3CO$

20 直接窒化法： $Al(C_2H_5)_3 + NH_3 \rightarrow AlN + 3C_2H_6$  (気相法)

$2Al + N_2 \rightarrow 2AlN$

【0028】窒化アルミニウム粉末を焼結させる際には、所定割合のカーボンを添加し、これを高い圧力下で加熱し、焼結させるが、この際に、添加されたカーボンによって窒化アルミニウム粉末の表面付近に存在する $Al_2O_3$ の還元が生じ、AlNが生成する。この還元が下記の式(1)、(2)、(3)によって進行する過程で、AlN粒子の表面に、広い範囲の可視光を連続的に吸収するバンドが生成し、明度の低下を生ずるものと考えられる。ただし、この時点ではまだカーボン相が粒界付近に残存していなければならない。焼成温度が1950℃を越えて高くなると、 $(Al_2O_3 + C \rightarrow Al_2OC)$ の反応によって $Al_2OC$ 相の生成が進行し、カーボン相が減少し、式(1)、(2)、(3)によって生成する相対的に不安定なAlN粒子表面のバンドが減少したものと考えられる。また、保持時間が長すぎる場合も、同様にカーボンの減少が生ずるものと考えられる。

【0029】(1)  $Al_2O_3 + C \rightarrow Al_2O_2 + CO$

40 (2)  $Al_2O_3 + 2C \rightarrow Al_2O + 2CO$

(3)  $Al_2O_3 + 3C \rightarrow Al_2 + 3CO$

【0030】本発明の窒化アルミニウム焼結体は、通常は、AlNからなる主結晶相と、ALONからなる副結晶相と、カーボン相とを備えている。ここで、 $(AlN)_x (Al_2OC)_{1-x}$ 相を実質的に含有せず、JIS Z 8721に規定する明度がN4以下であることが特に好ましい。

【0031】即ち、80～100kg/cm<sup>2</sup>程度の圧力で窒化アルミニウム粉末を焼結させると、明度4～5の灰色の窒化アルミニウム焼結体が生成することがあ

る。この結晶相のX線回折分析結果および他のスペクトルによる分析結果からは、このマトリックスは基本的にAlNからなる主結晶相と、AlONからなる副結晶相と、カーボン相とを備えていた。一方、 $150\text{ kg/cm}^2$ 以上の圧力を採用すると、一層焼結体の明度が低下し、N4以下のものが安定して得られた。

【0032】そして、上記の両者の間の基本的なマトリックスの微構造等の間には相違は見られなかった。しかし、図6および図7の各電子顕微鏡写真に示すように、灰色品については(A1N)<sub>x</sub>(Al<sub>1-x</sub>O)<sub>1-x</sub>相が若干生成していることが判明した。この相の周辺では、AlN結晶相との間に微小な隙間が生成しており、この隙間で光が散乱し、この散乱光が明度の上昇の原因となっていた。従って、このような(A1N)<sub>x</sub>(Al<sub>1-x</sub>O)<sub>1-x</sub>相が生成しないようにすることで、窒化アルミニウム焼結体の明度を4以下、更には3.5以下へと一層低下させることができる。

【0033】窒化アルミニウム粉末に対して添加するカーボン源としては、次のものを好適に使用できる。

(1)炭素を含有する樹脂。例えばフェノール樹脂等の有機樹脂の粉末からなる飛散性の有機樹脂。

(2)カーボンブラック、グラファイト等の炭素の粉末。

(3)還元窒化法等の過程で産出するカーボン濃度の高い、窒化アルミニウムの中間生成物。

【0034】窒化アルミニウム粉末とカーボン源とを混合する方法は、乾式袋混合、ボールミル、振動ミル等の乾式混合、有機溶剤を使用した湿式混合を利用できる。

【0035】本発明の窒化アルミニウム焼結体は、輻射熱量が大きく、加熱特性が優れている。また、表面の色ムラがほとんど目立たず、黒褐色や黒灰色をしているので、商品価値が高い。このため、各種の加熱用装置に対して特に好適に利用できる。また、本窒化アルミニウム焼結体は、アルミニウムを除く金属元素の供給源となる焼結助剤や黒色化剤を使用せず、アルミニウム以外の金属原子の含有量を、いずれも100ppm以下にできるので、汚染を起こすおそれがない。従って、高純度プロセス用の材料として最適である。特に、半導体製造プロセスにおいて、半導体ウエハーや装置自体に対して、重大な悪影響を与えるおそれがない。

【0036】本発明の窒化アルミニウム焼結体を基材として使用する半導体製造用装置としては、窒化アルミニウム基材中に抵抗発熱体を埋設したセラミックスヒータ

一、基材中に静電チャック用電極を埋設したセラミック静電チャック、基材中に抵抗発熱体と静電チャック用電極を埋設した静電チャック付きヒーター、基材中にプラズマ発生用電極を埋設した高周波発生用電極装置のような能動型装置を例示することができる。

【0037】更に、半導体ウエハーを設置するためのサセプター、ダミーウエハー、シャドーリング、高周波プラズマを発生させるためのチューブ、高周波プラズマを発生させるためのドーム、高周波透過窓、赤外線透過窓、半導体ウエハーを支持するためのリフトピン、シャワー板等の各半導体製造用装置を例示することができる。

【0038】窒化アルミニウム焼結体の熱伝導率は、特に、セラミックスヒーター、静電チャック付きヒーター、半導体ウエハー保持用サセプター等の加熱用部材の基材としての用途において、 $90\text{ W/m}\cdot\text{K}$ 以上とすることが好ましい。

【0039】

【実施例】(実験A)

以下のようにして、実際に、表1および表2の実験A1～A12の各窒化アルミニウム焼結体を製造した。窒化アルミニウム原料としては、還元窒化法または直接窒化法によって製造した高純度粉末を使用した。各粉末において、Si、Fe、Ca、Mg、K、Na、Cr、Mn、Ni、Cu、Zn、W、B、Yの含有量はそれぞれ100ppm以下であり、アルミニウム以外の金属は、これら以外は検出されなかった。各実験例について、カーボン含有量を、表1、表2に示す。

【0040】各原料粉末を一軸加圧成形することによって、円盤形状の予備成形体を製造し、これを密封状態でホットプレス焼成した。この焼成段階における焼成温度、各焼成温度での保持時間、圧力を、表1、表2に示すように変更した。各例の窒化アルミニウム焼結体について、焼結体の主結晶相、その他の結晶相をX線回折分析によって測定した。また、焼結体の相対密度は、嵩密度/理論密度から算出し、この嵩密度をアルキメデス法によって測定した。焼結体の理論密度は、密度が大きな焼結助剤を含有していないことから、 $3.26\text{ g/cc}$ である。焼結体中のカーボン量を元素分析によって測定した。焼結体の色調は目視によって測定し、明度は、前述のように測定した。

【0041】

【表1】

	実験A1	実験A2	実験A3	実験A4	実験A5	実験A6
AlN粉末	還元窒化	還元窒化	還元窒化	還元窒化	還元窒化	還元窒化
カーボンの量 (ppm)	150	500	750	750	750	750
焼成温度 (°C)	1800	1800	1700	1750	1850	1800
保持時間 (時間)	2	1	2	2	2	3
圧力 (kg/cm <sup>2</sup> )	200	100	200	150	50	200
主結晶相	AlN	AlN	AlN	AlN	AlN	AlN
その他の結晶相	ALON	ALON カーボン	ALON	ALON カーボン	ALON カーボン AlN-Al <sub>x</sub> CO	ALON カーボン
相対密度 (%)	99.5	98.0	97.0	98.5	97.0	99.5
焼結体中のカーボンの量 (ppm)	150	500	740	750	750	750
焼結体の色調	灰色	黒灰色	白色	黒灰色	灰色	黒灰色
焼結体の明度	N5.0	N3.5	N8.5	N4.0	N5.0	N3.0

【0042】

\* \* 【表2】

	実験A7	実験A8	実験A9	実験A10	実験A11	実験A12
AlN粉末	直接窒化	還元窒化	還元窒化	還元窒化	直接窒化	還元窒化
カーボンの量 (ppm)	750	750	1000	5000	5000	10000
焼成温度 (°C)	1930	1950	1800	1800	1800	1800
保持時間 (時間)	1	4	2	2	2	2
圧力 (kg/cm <sup>2</sup> )	200	150	200	250	250	200
主結晶相	AlN	AlN	AlN	AlN	AlN	AlN
その他の結晶相	ALON カーボン	ポリタイ プ	ALON カーボン	ALON カーボン	ALON カーボン	ALON カーボン
相対密度 (%)	95.0	99.5	97.0	95.0	92.0	90.0
焼結体中のカーボンの量 (ppm)	750	700	950	4800	4900	9800
焼結体の色調	黒灰色	乳白色	黒灰色	黒灰色	黒灰色	灰色
焼結体の明度	N4.0	N8.0	N3.5	N3.5	N4.0	N5.0

【0043】本発明外の実験A1においては、カーボンの量を150ppmとし、焼成温度を1800°Cとし、圧力を200kg/cm<sup>2</sup>とした。得られた焼結体において、AlN結晶相以外の結晶相はALONのみであり、カーボン相はX線回折分析によって検出されなかった。この色調は灰色であった。本発明の範囲内の実験A2においては、カーボンの量を500ppmとし、焼成温度を1800°Cとし、圧力を100kg/cm<sup>2</sup>とした。得られた焼結体において、ALON結晶相およびカーボン相が検出された。この焼結体の色調は黒灰色であり、明度はN3.5であった。本発明外の実験A3においては、カーボンの量を750ppmとし、焼成温度を1700°Cとし、圧力を200kg/cm<sup>2</sup>とした。得られた焼結体においては、カーボン相は検出されなかった。この焼結体の色調は白色であった。

【0044】本発明内の実験A4では、カーボンの量を750ppmとし、焼成温度を1750°Cとし、圧力を

150kg/cm<sup>2</sup>とした。得られた焼結体において、ALON結晶相およびカーボン相が検出された。この焼結体の色調は黒灰色であり、明度はN4であった。本発明内の実験A5では、カーボンの量を750ppmとし、焼成温度を1850°Cとし、圧力を50kg/cm<sup>2</sup>とした。得られた焼結体において、ALON結晶相、カーボン相の他に、(AlN)<sub>x</sub>(Al<sub>2</sub>OC)<sub>1-x</sub>相が検出された。このために、焼結体の色調は灰色になっていたが、前述したように、マトリックスの黒色化は顕著に進行していることを確認した。本発明内の実験A6、A7でも良好な結果が得られた。

【0045】本発明外の実験A8では、カーボンの量を750ppmとし、焼成温度を1950°Cとし、圧力を150kg/cm<sup>2</sup>とした。得られた焼結体において、AlN結晶相以外はポリタイプになっていた。この焼結体の色調は乳白色であり、明度はN8であった。本発明内の実験A9、実験A10、実験A11では、良好な結

果が得られた。本発明内の実験A12では、カーボンの量を10000ppmとし、焼成温度を1800℃とし、圧力を200kg/cm<sup>2</sup>とした。得られた焼結体において、カーボン相は生成しており、マトリックスの黒色化は顕著に進行していた。しかし、気孔率が増大したことから、その分、焼結体全体の明度はN5になっていた。

【0046】このうち、実験A6の焼結体のX線回折チャートを図1に示す。AlN、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>およびカーボン相を示す各ピークが確認される。また、実験A6の焼結体のセラミックス組織を示す顕微鏡写真を図3に示し、この粒界付近のセラミックス組織を図4に示す。実験A2、実験A4、実験A7、実験A9、実験A10、実験A11の焼結体についても、同様のX線回折チャートおよび結晶組織が確認された。

【0047】実験A5の焼結体のセラミックス組織を図6に示し、図7にこの拡大図を示す。この組織中において、マトリックス部分のX線回折分析結果、および可視光の吸収スペクトルの分析結果は、実験A6のものと同様であった。しかし、このマトリックス中に、黒く見える(A1N)<sub>x</sub>(Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)<sub>1-x</sub>相が存在しており、この結晶粒子とAlN結晶相との間に僅かな空隙が存在し、この空隙において光が散乱され、白く光っている。この焼結体のマトリックスの組織は、基本的には、本発明の窒化アルミニウム焼結体のものであり、黒色化は相対的に見て進行している。しかし、前記の散乱光によって焼結体の明度がN5まで上昇している。

【0048】次いで、前記の実験A6の焼結体を窒素雰囲気中で熱処理する実験を行った。この焼結体を1850℃で2時間熱処理すると、焼結体の外周部分のみが黄白色に変化し、中心部分の色調および明度は変化しなかった。黄白色に変色した部分のX線回折分析結果から、この主結晶相はAlN結晶相であり、AlON相およびカーボンのピークは消滅し、検出されなくなった。相対密度および格子定数比には変化は見られなかった。

【0049】実験A6の焼結体の表面付近では、窒素雰

囲気中の酸素やAlON相の酸素、さらにカーボンがAlN結晶粒に固溶したものと考えられる。焼結体の内部では、こうした反応の進行が遅いものと考えられる。

【0050】(実験B) 実験Aと同様にして、実際に、表3、表4、表5の実験B1~B15の各窒化アルミニウム焼結体を製造した。窒化アルミニウム原料としては、還元窒化法または直接窒化法によって製造した高純度粉末を使用した。各粉末において、Si、Fe、Ca、Mg、K、Na、Cr、Mn、Ni、Cu、Zn、W、B、Yの含有量は、それぞれ100ppm以下であり、アルミニウム以外の金属は、これら以外は検出されなかった。

【0051】実験B1においては、還元窒化法によって得られた窒化アルミニウム粉末(カーボン量500ppm)を使用した。他の実験においては、各カーボン含有量の窒化アルミニウム粉末に対して、カーボン含有量の相対的に多い添加物を添加した。この添加物としては、一部の試験例では樹脂を使用し、他の試験例では、カーボン含有量の相対的に多い窒化アルミニウム粉末を使用した。前記の樹脂としては、フェノール樹脂の粉末を使用し、その添加量を表示した。前記の窒化アルミニウム粉末としては、還元窒化法によって得られたものを使用し、そのカーボン含有量および添加量を表示した。また、混合後の原料粉末の総カーボン量(ppm)を表示した。

【0052】各原料粉末を一軸加圧成形することによって、円盤形状の予備成形体を製造し、これを密封状態でホットプレス焼成した。この焼成段階における焼成温度、各焼成温度での保持時間、圧力を、表3、表4、表5に示すように変更した。各例の窒化アルミニウム焼結体について、焼結体の主結晶相、その他の結晶相をX線回折分析によって測定した。また、焼結体の相対密度、色調、明度を、実験Aと同様の方法で測定した。

【0053】

【表3】

13

14

	実験B1	実験B2	実験B3	実験B4	実験B5
AlN粉末 カーボンの量	還元窒化 500	還元窒化 400	還元窒化 500	還元窒化 700	還元窒化 700
添加物 カーボン量 添加量(重量%)	—	AlN粉末 800 50	樹脂 500000 0.02	AlN粉末 1000 10	AlN粉末 10000 2.5
総カーボン量	500	600	600	730	930
焼成温度(℃)	1800	1800	1800	1750	1800
保持時間(時間)	2	2	1	2	2
圧力(kg/cm <sup>2</sup> )	200	200	200	200	200
主結晶相	AlN	AlN	AlN	AlN	AlN
その他の結晶相	ALON カーボン	ALON カーボン	ALON カーボン	ALON カーボン	ALON カーボン
相対密度(%)	99.4	99.5	99.6	99.4	98.5
焼結体中のカー ボンの量(ppm)	500	600	600	720	920
焼結体の色調	黒灰色	黒灰色	黒灰色	黒灰色	黒灰色
焼結体の明度	N4.0	N4.0	N4.0	N4.0	N4.0

【0054】

\* \* 【表4】

	実験B6	実験B7	実験B8	実験B9	実験B10
AlN粉末 カーボンの量	還元窒化 600	還元窒化 500	直接窒化 400	還元窒化 300	還元窒化 300
添加物 カーボン量 添加量(重量%)	樹脂 500000 0.05	樹脂 500000 0.05	AlN粉末 10000 2.5	AlN粉末 20000 5	AlN粉末 20000 5
総カーボン量	850	750	640	1285	1285
焼成温度(℃)	1800	1650	1800	1800	1800
保持時間(時間)	2	1	1	80	70
圧力(kg/cm <sup>2</sup> )	200	200	250	150	100
主結晶相	AlN	AlN	AlN	AlN	AlN
その他の結晶相	ALON カーボン	ALON	ALON カーボン	ALON カーボン	ALON カーボン AlN-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
相対密度(%)	98.5	95.0	95.0	97.2	98.0
焼結体中のカー ボンの量(ppm)	840	750	640	1270	1240
焼結体の色調	黒灰色	白色	黒灰色	黒灰色	灰色
焼結体の明度	N4.0	N8.0	N4.0	N3.5	N5.0

【0055】

【表5】



	実験B11	実験B12	実験B13	実験B14	実験B15
AlN粉末 カーボンの量	還元窒化 300	還元窒化 300	還元窒化 300	還元窒化 1000	還元窒化 4000
添加物 カーボン量 添加量(重量%)	AlN粉末 20000 5	樹脂 50000 0.2	AlN粉末 50000 3	AlN粉末 40000 10	AlN粉末 40000 10
総カーボン量	1285	1299	1791	4900	7600
焼成温度(℃)	1940	1800	1800	1800	1800
保持時間(時間)	1	2	2	2	2
圧力(kg/cm <sup>2</sup> )	100	200	200	200	250
主結晶相	AlN	AlN	AlN	AlN	AlN
その他の結晶相	ポリタイプ	ALON カーボン	ALON カーボン	ALON Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	ALON カーボン
相対密度(%)	98.0	96.0	97.0	95.2	88.0
焼結体中のカー ボンの量(ppm)	1200	1280	1700	4500	7200
焼結体の色調	乳白色	黒灰色	黒灰色	黒灰色	灰色
焼結体の明度	N7.0	N3.5	N3.5	N3.5	N5.0

【0056】本発明内の実験B1では黒灰色の窒化アルミニウム焼結体が得られた。本発明内の実験B2、B3、B4、B5、B6では、いずれも黒灰色の色調を有する窒化アルミニウム焼結体が得られた。本発明外の実験B7では、焼成温度が1650℃と低いために、焼結体の緻密化が進行せず、かつカーボン相が生成しないために、焼結体の色調が白色になった。本発明内の実験B8、B9では黒灰色の焼結体が得られた。本発明内の実験B10では、圧力が70kg/cm<sup>2</sup>であるが、得られた焼結体において、カーボン相は生成しており、マトリックスの黒色化は進行していたが、焼結体全体の明度は上昇していた。この焼結体のセラミックス組織は、実験A5の焼結体と同様に、マトリックスの間に、黒く見える(A1N)<sub>x</sub>(Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)<sub>1-x</sub>相が存在しており、この結晶粒子とAlN結晶相との間に僅かな空隙が存在し、この空隙において光が散乱され、白く光っていた。

【0057】本発明外の実験B11においては、焼成温度が高すぎるために、AlN結晶相以外はポリタイプとなり、焼結体の色調は乳白色になった。本発明内の実験B12、B13、B14においては、黒灰色の色調を有する窒化アルミニウム焼結体が得られた。本発明内の実験B15においては、窒化アルミニウム原料粉末の全体の総カーボン量が7600ppmであり、AlN結晶相以外の結晶相としてはALON結晶相とカーボン相とが生成していた。しかし、焼結体の焼結が進行せず、相対密度が88.0%に止まっているために、明度はN5であった。

【0058】(ウェハーの加熱実験)本発明の実験A6によって製造した窒化アルミニウム焼結体によって、直径210mm、厚さ10mmのプレートを用意し、このプレートを、赤外線ランプによる加熱機構を備えた真空チャンバー内に設置した。このプレートの上に直径8イ

ンチのシリコンウェハーを乗せ、プレートとシリコンウェハーとの各温度を同時に測定するための熱電対を取り付けた。この赤外線ランプとしては、500Wの波長1μm前後に赤外線のピークを有するものを、アルミニウム製の反射板に20本取り付け、この反射板および各ランプを真空チャンバーの外側に設置した。

【0059】各赤外線ランプより放射される赤外線は、直接に、または反射板によって反射された後に、真空チャンバーに設けられた円形の石英窓(直径250mm、厚さ5mm)を通過し、窒化アルミニウムプレートに到達し、このプレートを加熱する。

【0060】この加熱装置において、各赤外線ランプを発熱させ、室温から700℃まで11分間でプレートの温度を上昇させ、700℃で1時間保持し、この後に赤外線ランプを停止し、プレートを徐々に冷却させた。この結果、赤外線ランプの消費電力は、最大8600Wであり、安定した温度コントロールが可能であった。また、シリコンウェハーの温度を測定したところ、プレートの温度を700℃に保持しているときには、シリコンウェハーの温度は611℃であった。

【0061】また、実験A2、A9、A10、A11の窒化アルミニウム焼結体について同様の実験を行ったところ、上記と同様の結果を得た。

【0062】(比較例による加熱実験)次に、還元窒化法によって得た、カーボン含有量が750ppmの窒化アルミニウム粉末を使用し、この粉末をコールドアイソスタティックプレス法によって3トン/cm<sup>2</sup>の圧力下で加圧して円盤形状の成形体を製造し、この成形体を1900℃で2時間焼成し、密度が99.4%の白色窒化アルミニウム焼結体を製造した。この焼結体を使用し、上記と同様にしてシリコンウェハーの加熱実験を行った。

【0063】この結果、消費電力は最大10kWとな

り、温度上昇時間にも2分間程度の遅れが見られた。また、上記のようにして、室温と700℃との間での温度上昇および下降の熱サイクルを繰り返したところ、赤外線ランプの断線が生じやすかった。また、シリコンウエハーの温度を測定したところ、プレートの温度を700℃に保持しているときには、シリコンウエハーの温度は593℃であり、上記の本発明例と比較すると、シリコンウエハーの温度も低下していることが判明した。

【0064】(電極および抵抗発熱体の埋設実験)本発明の実験A6と同様に、還元窒化法によって製造したカーボン含有量750ppmの窒化アルミニウム粉末を使用し、この粉末の中に、モリブデン製の直径0.5mmのワイヤーからなるコイル(抵抗発熱線)を埋設し、かつこのコイルに直径5mm、長さ10mmの円柱形状のモリブデン製の電極を接続し、埋設した。この埋設体を一軸加圧成形し、円盤形状の成形体を得た。この際、成形体中に埋設されたコイルの平面的形状を渦巻き形状とした。

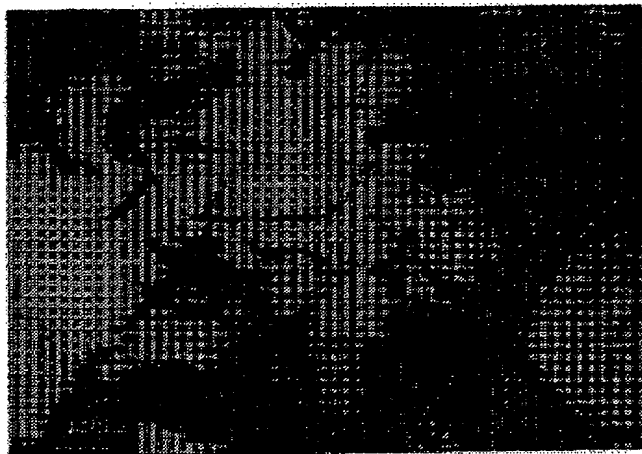
【0065】円盤形状の成形体を、ホットプレス法によって、1800℃で3時間、200kg/cm<sup>2</sup>の圧力下で保持することによって、窒化アルミニウム焼結体を得た。この窒化アルミニウム焼結体中には、前記の抵抗発熱体とモリブデン電極とが埋設されている。このモリブデン電極は、静電チャック電極として使用でき、また高周波用電極として使用できる。

【0066】

\*

【図3】

図面代用写真



\*【発明の効果】以上述べたように、本発明によれば、窒化アルミニウムに焼結助剤や黒色化剤のような金属化合物、特に重金属化合物を添加することなく、窒化アルミニウム焼結体の明度を小さくし、その色を黒色に近づけることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の実施例に係る窒化アルミニウム焼結体のX線回折分析の結果を示すチャートである。

【図2】比較例に係る窒化アルミニウム焼結体のX線回折分析の結果を示すチャートである。

【図3】本発明の実施例に係る窒化アルミニウム焼結体のセラミックス組織を示す電子顕微鏡写真である。

【図4】本発明の実施例に係る窒化アルミニウム焼結体において、AlN結晶相の粒子の粒界の周辺のセラミックス組織を示す電子顕微鏡写真である。

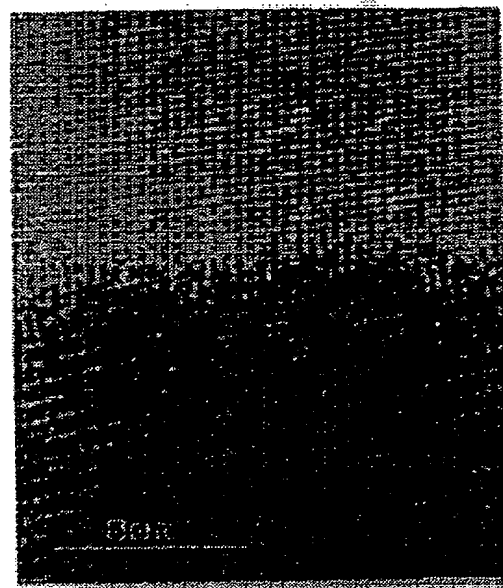
【図5】比較例に係る窒化アルミニウム焼結体において、AlN結晶相の粒子の粒界の周辺のセラミックス組織を示す電子顕微鏡写真である。

【図6】AlN結晶相の粒子からなるマトリックス間に(A1N)<sub>x</sub>(Al<sub>2</sub>OC)<sub>1-x</sub>相の粒子が生成している状態のセラミックス組織を示す電子顕微鏡写真である。

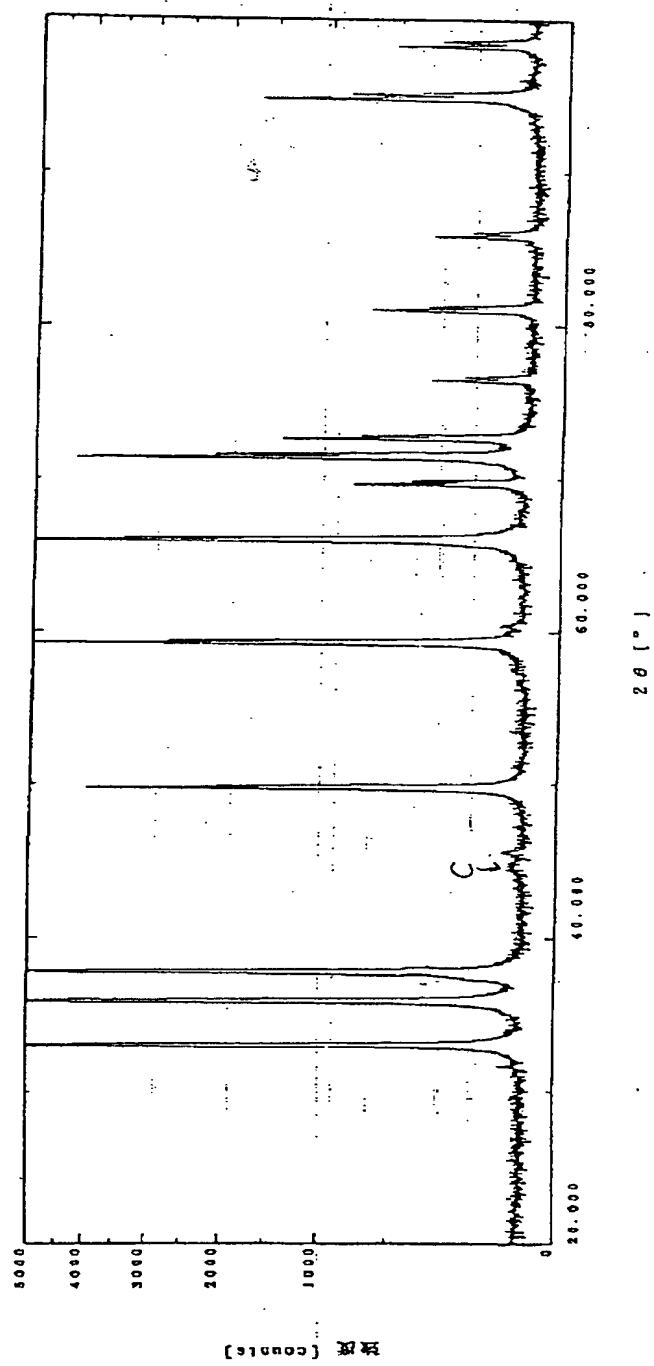
【図7】図6のマトリックスおよび(A1N)<sub>x</sub>(Al<sub>2</sub>OC)<sub>1-x</sub>相の粒子を拡大して示す、セラミックス組織の電子顕微鏡写真である。

【図4】

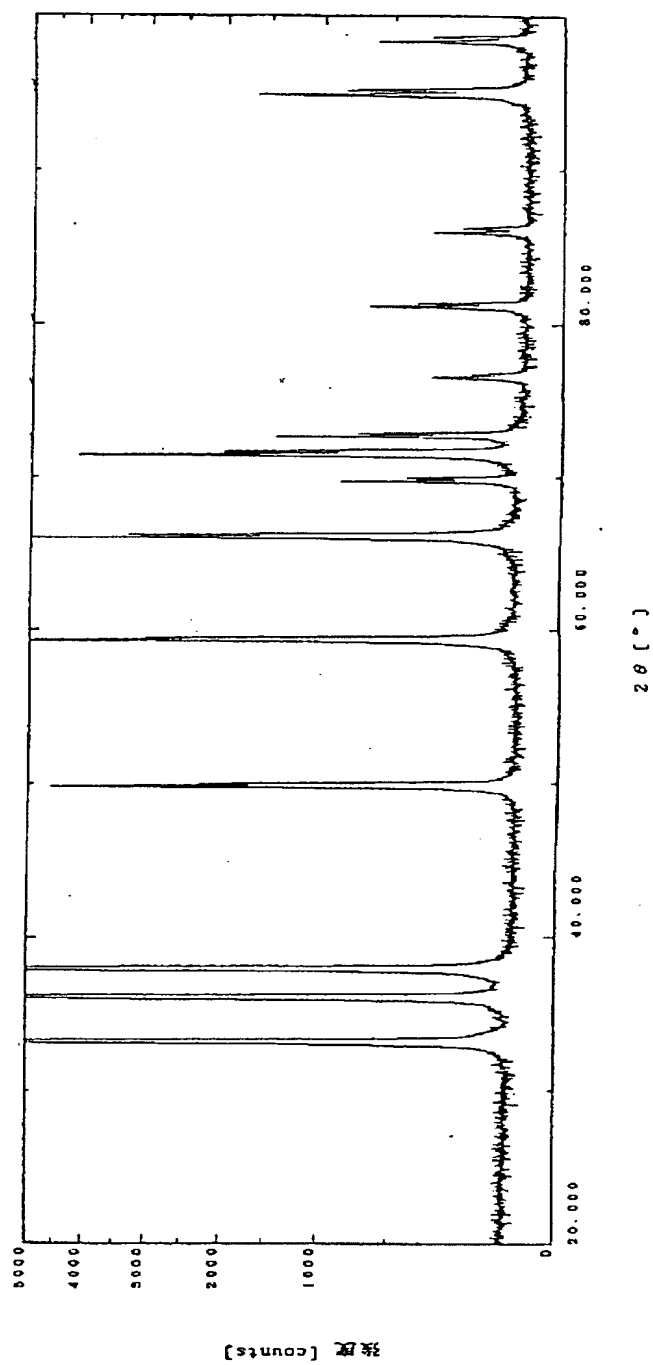
図面代用写真



【図1】

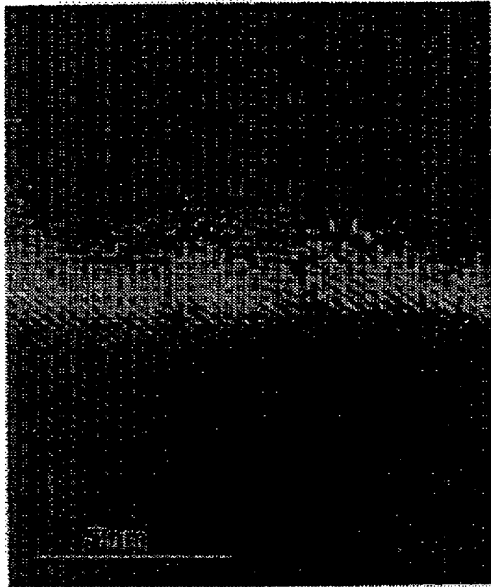


【図2】



【図5】

図面代用写真



【図6】

図面代用写真



【図7】

図面代用写真



フロントページの続き

(51)Int.Cl. <sup>6</sup>		識別記号	序内整理番号	F I	技術表示箇所	
H 0 5 B	3/02	3 5 6		H 0 5 B	3/20	3 5 6
	3/20			H 0 1 L	21/302	G

**ALUMINUM NITRIDE SINTERED COMPACT AND ITS PRODUCTION AND DEVICE FOR PRODUCING SEMICONDUCTOR**

**Patent number:** JP9048668  
**Publication date:** 1997-02-18  
**Inventor:** KOBAYASHI HIROMICHI; BESSHO HIROKI; MORI YUKIMASA  
**Applicant:** NGK INSULATORS LTD  
**Classification:**  
**- international:** *C04B35/581; C04B35/626; H01L21/205; H01L21/3065; H01L21/324; H05B3/02; H05B3/20; C04B35/581; C04B35/626; H01L21/02; H05B3/02; H05B3/20; (IPC1-7): C04B35/581; H01L21/205; H01L21/3065; H01L21/324; H05B3/02; H05B3/20*  
**- european:**  
**Application number:** JP19950218158 19950803  
**Priority number(s):** JP19950218158 19950803

**Report a data error here**

**Abstract of JP9048668**

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To obtain an aluminum nitride sintered compact by reducing its color value and bringing its color close to black without adding a metallic compound such as a sintering assistant or a blackening agent, especially a heavy metal compound thereto. **SOLUTION:** This aluminum nitride sintered compact is defined by the fact that a carbon peak is detected at  $2\theta = 44$  deg.-45 deg. X-ray diffraction angle other than the aluminum nitride peak of a main crystalline phase in the X-ray diffraction chart of the main crystalline phase of the aluminum nitride sintered compact. Preferably, the crystalline phase of the aluminum nitride sintered equips the main crystalline phase of AlN, a sub-crystalline phase consisting of ALONE and a carbon phase, substantially is free from  $(\text{Al}_2\text{O}_3)_x$  phase, and has  $\leq 4$  color value prescribed in JIS Z 8721, and the ratio of carbon atoms contained in the aluminum nitride sintered compact is 500ppm-5000ppm.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 09-048668

(43)Date of publication of application : 18.02.1997

(51)Int.Cl.

C04B 35/581  
H01L 21/205  
H01L 21/3065  
H01L 21/324  
H05B 3/02  
H05B 3/20

(21)Application number : 07-218158

(71)Applicant : NGK INSULATORS LTD

(22)Date of filing : 03.08.1995

(72)Inventor : KOBAYASHI HIROMICHI  
BESSHO HIROKI  
MORI YUKIMASA

(54) ALUMINUM NITRIDE SINTERED COMPACT AND ITS PRODUCTION AND DEVICE FOR PRODUCING SEMICONDUCTOR

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain an aluminum nitride sintered compact by reducing its color value and bringing its color close to black without adding a metallic compound such as a sintering assistant or a blackening agent, especially a heavy metal compound thereto.

SOLUTION: This aluminum nitride sintered compact is defined by the fact that a carbon peak is detected at  $2\theta=44^\circ-45^\circ$  X-ray diffraction angle other than the aluminum nitride peak of a main crystalline phase in the X-ray diffraction chart of the main crystalline phase of the aluminum nitride sintered compact. Preferably, the crystalline phase of the aluminum nitride sintered equips the main crystalline phase of AlN, a sub-crystalline phase consisting of ALONE and a carbon phase, substantially is free from  $(\text{AlN})_x(\text{Al}_2\text{O}_3)_{1-x}$  phase, and has  $\leq 4$  color value prescribed in JIS Z 8721, and the ratio of carbon atoms contained in the aluminum nitride sintered compact is 500ppm-5000ppm.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 21.05.1997

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3037883

[Date of registration] 25.02.2000

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]



\* NOTICES \*

JPO and NCIP are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.

2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.

3.In the drawings, any words are not translated.

---

CLAIMS

---

[Claim(s)]

[Claim 1] The alumimium nitride sintered compact characterized by the peak of carbon being detected by X diffraction include-angle  $2\theta=44$  degree-45 degree other than the alumimium nitride peak which is the main crystal phase in the X diffraction chart of alumimium nitride.

[Claim 2] The alumimium nitride sintered compact according to claim 1 characterized by having said main crystal phase, the subcrystal phase which consists of ALON, and the carbon phase.

[Claim 3]  $(\text{AlN})_x(\text{aluminum}_2\text{OC})_{-x}$  A phase is not contained substantially but it is JISZ.

Alumimium nitride sintered compact according to claim 1 or 2 characterized by the lightness specified to 8721 being four or less N.

[Claim 4] An alumimium nitride sintered compact given in any one claim of claims 1-3 characterized by the rate of the carbon atom contained in said alumimium nitride sintered compact being 500 ppm - 5000 ppm.

[Claim 5] Equipment for semi-conductor manufacture characterized by using the alumimium nitride sintered compact of a publication for any one claim of claims 1-4 as a base material.

[Claim 6] It is the raw material with which a carbon content consists of alumimium nitride powder which is 500 ppm - 5000 ppm The temperature of 1730 degrees C or more and 1920 degrees C or less, and 80kg/cm<sup>2</sup> The manufacture approach of the alumimium nitride sintered compact characterized by obtaining an alumimium nitride sintered compact by making it sinter by the above pressure.

[Claim 7] The manufacture approach of the alumimium nitride sintered compact according to claim 6 characterized by manufacturing said raw material with which a carbon content consists of alumimium nitride powder which is 500 ppm - 5000 ppm by adding the compound used as carbon or a carbon source to alumimium nitride powder.

[Claim 8] The manufacture approach of the alumimium nitride sintered compact according to claim 6 characterized by manufacturing said raw material with which a carbon content consists of alumimium nitride powder which is 500 ppm - 5000 ppm by mixing two or more sorts of alumimium nitride powder with which carbon contents differ.

[Claim 9] The manufacture approach of the alumimium nitride sintered compact according to claim 8 characterized by manufacturing said second alumimium nitride powder with reduction nitriding.

---

[Translation done.]

## \* NOTICES \*

JPO and NCIPJ are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

## DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to the equipment for semi-conductor manufacture which used such an aluminium nitride sintered compact as a base material about an aluminium nitride sintered compact and its manufacture approach.

[0002]

[Description of the Prior Art] In semiconductor devices, such as an etching system and chemical vapor growth equipment, the so-called stainless steel heater and the heater of an indirect heating method were common. However, when these heat sources were used, particle might occur according to an operation of halogen system corrosive gas, and thermal efficiency was bad. In order to solve such a problem, these people indicated the ceramic heater which laid under the interior of a substantial-compact ceramic base material the wire which consists of a refractory metal (JP.3-281131.A). This wire is spirally wound inside the disc-like base material, and connects a terminal to the both ends of the wire of a parenthesis. It turned out that especially such a ceramic heater has the property which was excellent as an object for semi-conductor manufacture.

[0003] As ceramics which constitutes the base of a ceramic heater, it is thought that nitride system ceramics, such as silicon nitride, aluminium nitride, and sialon, is desirable. Moreover, a susceptor may be installed on a ceramic heater, a semi-conductor wafer may be installed on this susceptor, and a semi-conductor wafer may be heated. These people indicated that aluminium nitride was desirable as such a ceramic heater and a base material of a susceptor (JP.5-101871.A), especially — semiconductor fabrication machines and equipment — setting — as etching gas or cleaning gas —  $\text{CF}_3$  etc. — although halogen system corrosive gas is used abundantly, it is a corrosion-resistant point over these halogen system corrosive gas, and is because it was checked that aluminium nitride has very advanced corrosion resistance.

[0004]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] However, the aluminium nitride sintered compact itself has the description of generally presenting white or off-white. However, it is desired for the above heaters and the base material used as a susceptor to be black. The amount of radiant heat has more black base materials than a white base material, and it is because the heating property is excellent. Moreover, in such a kind of product, when the base material of white or gray was used, there is a fault of being easy to come on the surface of a product out of color nonuniformity, and the improvement was demanded. Furthermore, a base material with lightness [ high whenever /, such as black, dark brown, and a black ash color, / black ] smaller than the base material of white or gray is desired in respect of a customer's taste. And the base material of white or gray is inferior in the radiation characteristic.

[0005] In order to make an aluminium nitride sintered compact black, adding a metallic element (black-ized agent) suitable in raw material powder, calcinating this, and manufacturing a black aluminium nitride sintered compact is known (JP.5-64697.B). A tungsten, titanium oxide, nickel, palladium, etc. are known as this additive.

[0006] However, if it adds in an aluminium nitride sintered compact by making a metallic element

[http://www4.ipdl.ncipi.go.jp/cgi-bin/tran\\_web.cgi\\_ejie](http://www4.ipdl.ncipi.go.jp/cgi-bin/tran_web.cgi_ejie)

2006/02/13

into a black-ized agent in this way, naturally the content of the metal impurity in an aluminium nitride sintered compact will become large under the effect of this additive. Especially, if a group element, the IIa group element, and the transition-metals element exist in an aluminium nitride sintered compact in a semi-conductor manufacture process, even if the abundance is a minute amount, it can have a serious bad influence to a semi-conductor wafer or equipment itself (for example, it can become causes, such as a defect of a semi-conductor). For this reason, making lightness of an aluminium nitride sintered compact small is called for, without adding the above black-ized agents.

[0007] The technical problem of this invention is making lightness of an aluminium nitride sintered compact small, and bringing the color close black, without adding metallic compounds like sintering acid or a black-ized agent, especially a heavy metal compound to an aluminium nitride sintered compact.

[0008]

[Means for Solving the Problem] This invention relates to the aluminium nitride sintered compact characterized by the peak of carbon being detected by X diffraction include-angle  $2\theta_{\text{c}}=44$  degree—45 degree other than the peak of the aluminium nitride which is the main crystal phase in the X diffraction chart of aluminium nitride.

[0009] Moreover, this invention is characterized by using the aluminium nitride sintered compact as a base material in the equipment for semi-conductor manufacture. Moreover, this invention is the raw material with which a carbon content consists of aluminium nitride powder which is 500 ppm — 5000 ppm The temperature of 1730 degrees C or more and 1920 degrees C or less, and 80kg/cm<sup>2</sup> The manufacture approach of the aluminium nitride sintered compact characterized by obtaining an aluminium nitride sintered compact is started by making it sinter by the above pressure.

[0010] This invention person hardly contains metallic elements, such as a black-ized agent, in the process in which an aluminium nitride sintered compact is studied, other than aluminium, but is JIS moreover especially preferably, Z It succeeded in manufacturing the black ash color with very low lightness thus or the dark-brown aluminium nitride sintered compact with which the lightness specified to 8721 presents four or less N black.

[0011] According to such an aluminium nitride sintered compact, it sets in a suitable mode, and is JIS, Z. Since the lightness specified to 8721 is presenting four or less N black, the amount of radiant heat is large and the heating property is excellent. Therefore, it is suitable as a base material which constitutes exothermic material, such as a ceramic heater and a susceptor. And since the content of the metallic element except aluminium can be lessened very much, there is no possibility of causing semi-conductor contamination etc. Especially, in a semi-conductor manufacture process, there is no possibility of having a bad influence to a semi-conductor wafer or equipment itself. And on the front face of the aluminium nitride sintered compact of this invention, color nonuniformity was hardly conspicuous, the appearance of an aluminium nitride sintered compact became very good, and, moreover, commodity value improved remarkably from whenever [ black ] being high.

[0012] When it explains concretely, this invention person prepares the raw material with which a carbon content consists of aluminium nitride powder which is 500 ppm — 5000 ppm, and is this by hot pressing. The temperature of 1730 degrees C or more, and 80kg/cm<sup>2</sup> It was made to sinter by the above pressure. It succeeded in manufacturing the aluminium nitride base material of the small dark brown and the small black ash color of lightness by this, as described above.

[0013] Here, in order to prepare the raw material with which a carbon content consists of aluminium nitride powder which is 500 ppm — 5000 ppm, there is the following approach.

- (1) Adjust the carbon content in powder to 500—5000 ppm by carrying out specified quantity addition of the carbon source to aluminium nitride powder.
- (2) Manufacture the raw material with which a carbon content consists of aluminium nitride powder which is 500 ppm — 5000 ppm by carrying out mixed mixing of two or more sorts of aluminium nitride powder with which carbon contents differ mutually. In this case, three or more kinds of aluminium nitride powder is mixable. However, in a suitable example, a carbon content manufactures relatively the raw material which consists of little first aluminium nitride powder

[http://www4.ipdl.ncipi.go.jp/cgi-bin/tran\\_web.cgi\\_ejie](http://www4.ipdl.ncipi.go.jp/cgi-bin/tran_web.cgi_ejie)

2006/02/13

and aluminium nitride powder whose carbon content is 500 ppm — 5000 ppm when a carbon content mixes many second aluminium nitride powder relatively.

[0014] Thus, it succeeded in it being stabilized and manufacturing the low aluminium nitride sintered compact of lightness by making the aluminium nitride powder containing the carbon of a predetermined rate sinter under a high pressure and the temperature of the predetermined range. Here, when the lightness of a sintered compact became it large that a carbonaceous rate was less than 500 ppm and 5000 ppm was exceeded, the relative density of an aluminium nitride sintered compact became low, it became less than 92%, and the color tone became gray.

[0015] Moreover, the burnout of a sintered compact was not enough in burning temperature being less than 1730 degrees C, the aluminium nitride sintered compact became white and lightness was also found by going up or more to seven. When the burning temperature of the above-mentioned powder exceeded 1920 degrees C, the polytype phase occurred too and the lightness of an aluminium nitride sintered compact went up. It is the range this burning temperature of whose is 1750—1900 degrees C, and especially the lightness of an aluminium nitride sintered compact decreased.

[0016] Moreover, the pressure at the time of baking is 80kg/cm<sup>2</sup>. When it became the following, it turned out that an AlN-aluminum<sub>2</sub>O<sub>3</sub> crystal phase occurs, or a polytype phase generates in addition to an AlN crystal phase, and the lightness of an aluminium nitride sintered compact goes up. This pressure is 150kg/cm<sup>2</sup> since it mentions later. Considering as the above is desirable and it is 200kg/cm<sup>2</sup>. Considering as the above is much more desirable. However, this pressure is 0.5 ton/cm<sup>2</sup>, when it sees from the capacity of actual equipment. Considering as the following is desirable.

[0017] An aluminium nitride sintered compact is JIS, Z. It is still more desirable that the lightness specified to 8721 is presenting three or less N black.

[0018] Into the raw material which consists of aluminium nitride powder, addition of metallic elements other than aluminium should be avoided, and it may be 100 ppm or less preferably. "Metallic elements other than aluminium" means some elements (Si, Ga, germanium, etc.) belonging to the metallic element belonging to Ia—VIIa of the periodic table, VIII, and Ib and IIb and IIb, and IVb here.

[0019] Here, lightness (lightness) is explained. The objective surface color is shown by the hue, lightness, and saturation which are the three attributes of color perception. Among these, lightness is a scale which shows the attribute of the vision which judges whether the reflection factor on the front face of a body is large or small. The method of presentation of the scale of these three attributes is specified to "JIS Z 8721". Lightness V is based on the achromatic color, sets lightness of ideal black to 0, and sets lightness of ideal white to 10. Between ideal black and ideal white, each color is divided into ten so that it may become rates [ consciousness / of the brightness of the color ], and it expresses as the notation of N0—N10. In case the lightness of an actual aluminium nitride sintered compact is measured, each standard color chart corresponding to N0—N10 is compared with the surface color of an aluminium nitride sintered compact, and the lightness of an aluminium nitride sintered compact is determined. Under the present circumstances, lightness is determined in principle till the first place of decimal point, and the value of the first place of decimal point is set to 0 or 5.

[0020] The relative density of an aluminium nitride sintered compact is a value defined by the formula of [relative density = bulk density / theoretical density], and the unit is "%".

[0021] Furthermore, under the same conditions as the above, when the hot isostatic press method was used and this invention person was under the same temperature and the pressure and the pressure which were mentioned above, and a flow and pressure requirement, he checked that a four or less lightness [ N ] high grade aluminium nitride sintered compact could be manufactured.

[0022] The black-izing of this invention person was high about the aluminium nitride sintered compact obtained as mentioned above, and he inquired about the reason lightness is low. Consequently, the following fact is found out and it came to complete this invention.

[0023] That is, about the sample from which lightness serves as four or less dark brown or a black ash color, although the main crystal phase was AlN, ALON was generating as a subcrystal

[http://www4.ipdl.ncipi.go.jp/cgi-bin/tran\\_web.cgi\\_ejie](http://www4.ipdl.ncipi.go.jp/cgi-bin/tran_web.cgi_ejie)

2006/02/13

phase and other crystal phases were not able to be found out. As this was shown in drawing 1 as a result of analyzing by X-ray diffraction, it became clear that the peak of carbon appeared clearly. This shows that the carbon phase other than the main above-mentioned AlN crystal phases and ALON crystal phases is generating.

[0024] Moreover, from this X-ray-diffraction-analysis chart, the peak corresponding to a c-axis side was not detected. This has the slight superficial structure which carries out a laminating to the shape of a layer which consists of a carbon atom, or only about several layers exist, for this reason mean that the thickness of carbon is very thin. It is thought that this carbon exists near [ grain boundary ] an AlN crystal layer.

[0025] Although an AlN crystal phase remains, the peak of an AlON phase and carbon is extinguished and is no longer detected, so that the X diffraction chart shown in drawing 2 may show it under nitrogen-gas-atmosphere mind, when the low sample of such lightness is heat-treated at 1850 degrees C. This is considered that oxygen and carbon of an AlON phase employed to AlN crystal grain. For example, an oxygen atom permutes by N site and the color center where this absorbs the light of short wavelength is generated.

[0026] Moreover, the microstructure of the aluminium nitride sintered compact of above-mentioned this invention is shown in drawing 3. As shown in drawing 3, the boundary part which the minute AlON crystal exists in AlN crystal grain, and a grain boundary is hardly seen between each crystal phase, and each crystal contacts is precise, and is in the condition that there is no clearance. Drawing 4 RD 4 is an electron microscope photograph in which the grain boundary part of the crystal which consists of AlN is expanded and shown about the aluminium nitride sintered compact of this invention within the limits, and drawing 5 is an electron microscope photograph in which the grain boundary part of the crystal which consists of AlN is expanded and shown about the sample of a yellowish-white color. An unusual appearance is not seen between AlN crystals.

[0027] Reduction nitriding and direct nitriding are known as the manufacture approach of aluminium nitride powder. In the invention in this application, also when the raw material powder created by which approach is used, the low aluminium nitride sintered compact of lightness can be manufactured. The chemical formulas adopted by the all directions method are enumerated below.

reduction nitriding — aluminum<sub>2</sub>O<sub>3</sub>+3 C+N<sub>2</sub> →2AlN+ — direct 3 COs — nitridingaluminum(C two H<sub>5</sub>)<sub>3</sub>+NH<sub>3</sub> →AlN+3C two H<sub>8</sub> (gaseous-phase method)

2 aluminum+N<sub>2</sub> →2AlN[0028] aluminium<sub>2</sub>O<sub>3</sub> which exists near the front face of aluminium nitride powder with the carbon added on this occasion although the carbon of a predetermined rate is added, this is heated under a high pressure and it is made to sinter in case aluminium nitride powder is made to sinter. Reduction arises and AlN generates. In the process in which this reduction advances by the following formula (1), (2), and (3), the band which absorbs the light of the large range continuously on the front face of an AlN particle generates, and it is thought that the fall of lightness is produced. However, at this time, the carbon phase must still remain near a grain boundary. If burning temperature becomes high exceeding 1950 degrees C (generation of an aluminium<sub>2</sub>O<sub>3</sub> OC phase advances by the reaction of aluminium<sub>2</sub>O<sub>3</sub>+C →aluminium<sub>2</sub>O<sub>3</sub>C, a carbon phase decreases, and it is thought [ which is generated by the formula (1), (2), and (3) ] that the bands of an unstable AlN particle front face decreased in number relatively. Moreover, also when the holding time is too long, it is thought that reduction in carbon arises similarly.

[0029] (1) aluminium<sub>2</sub>O<sub>3</sub>+C →aluminium<sub>2</sub>O<sub>3</sub>C+CO(2) aluminium<sub>2</sub>O<sub>3</sub>+2 C →aluminium<sub>2</sub>O<sub>3</sub>C+2CO(3) aluminium<sub>2</sub>O<sub>3</sub>+3 C →aluminium<sub>2</sub>O<sub>3</sub>C+3CO[0030] The aluminium nitride sintered compact of this invention is usually equipped with the main crystal phase which consists of AlN, the subcrystal phase which consists of ALON, and the carbon phase. Here, it is x (AlN)(1-aluminium<sub>2</sub>O<sub>3</sub>C)-x. A phase is not contained substantially but it is JIS, Z. It is desirable that the lightness specified to 8721 is especially four or less N.

[0031] Namely, 80—100kg/cm<sup>2</sup> When aluminium nitride powder is made to sinter by the pressure of extent, the aluminium nitride sintered compact of the gray of lightness 4—5 may generate. This matrix was equipped with the main crystal phase which consists of AlN fundamentally, the subcrystal phase which consists of ALON, and the carbon phase from the X-ray-diffraction-

[http://www4.ipdl.ncipi.go.jp/cgi-bin/tran\\_web.cgi\\_ejie](http://www4.ipdl.ncipi.go.jp/cgi-bin/tran_web.cgi_ejie)

2006/02/13

BEST AVAILABLE COPY

analysis result of this crystal phase, and the analysis result by other spectrums. On the other hand, it is 150kg/cm<sup>2</sup>. When the above pressure was adopted, the lightness of a sintered compact fell further, and the four or less N thing was stabilized and was obtained.

[0032] And the difference was not seen between the microstructures of the fundamental matrix between above both etc. However, as shown in each electron microscope photograph of drawing 6 and drawing 7, about a gray article, it is x (AlN)(aluminum2 OC)-x. It became clear that the phase was generating a little. Between AlN crystal phases, the minute clearance was generating, light was scattered about in this clearance, and this scattered light caused [ of lightness ] a rise around this phase. Therefore, such (AlN) x(aluminum2 OC)-x The lightness of an aluminum nitride sintered compact can be further reduced to 4 or less and further 3.5 or less by making it a phase not generate.

[0033] As a source of carbon added to aluminum nitride powder, the following can be used suitably.

- (1) Resin containing carbon. For example, organic resin of the dustability which consists of powder of organic resin, such as phenol resin.
  - (2) Powder of carbon, such as carbon black and graphite.
  - (3) The intermediate product of aluminum nitride with the high carbon concentration produced in process of reduction nitriding etc.
- [0034] Dry blending, such as dry type bag mixing, a ball mill, and a vibration mill, and wet blending which used the organic solvent can be used for the approach of mixing aluminum nitride powder and the source of carbon.

[0035] The aluminum nitride sintered compact of this invention has the large amount of radiant heat, and the heating property is excellent. Moreover, since surface color nonuniformity is hardly conspicuous and is carrying out dark brown and a black ash color, commodity value is high. For this reason, it can be used suitably especially to various kinds of equipments for heating. Moreover, since neither the sintering acid used as the source of supply of the metallic element except aluminum nor a black-ized agent is used for this aluminum nitride sintered compact but each content of metal atoms other than aluminum is made as for it to 100 ppm or less, it does not have a possibility of causing contamination. Therefore, it is the optimal as an ingredient for high grade processes. Especially, in a semi-conductor manufacture process, there is no possibility of having a serious bad influence, to a semi-conductor wafer or equipment itself.

[0036] Active mold equipment like the arrangement of electrode for RF generating which laid the electrode for plasma generating underground into the ceramic electrostatic chuck which laid the electrode for electrostatic chucks underground into the ceramic heater which laid the resistance heating element underground into the aluminum-nitride base material, and the base material as equipment for semi-conductor manufacture which uses the aluminum-nitride sintered compact of this invention as a base material, the heater with an electrostatic chuck which laid the resistance heating element and the electrode for electrostatic chucks underground into the base material, and a base material can illustrate.

[0037] Furthermore, each equipment for semi-conductor manufacture, such as a lift pin for supporting the dome for generating the tube for generating the susceptor for installing a semi-conductor wafer, a dummy wafer, a shadow ring, and the high frequency plasma and the high frequency plasma, a high frequency transparency aperture, an infrared transparency aperture, and a semi-conductor wafer and a shower plate, can be illustrated.

[0038] As for the heat conductivity of an aluminum nitride sintered compact, it is desirable to carry out to more than 90W/m and K especially in the application as a base material of members for heating, such as a ceramic heater, a heater with an electrostatic chuck, and a susceptor for semi-conductor wafer maintenance.

[0039] [Example] ((A) Experiment)

As it was the following, each aluminum nitride sintered compact of the experiments A1-A12 of Table 1 and 2 was actually manufactured. As an aluminum nitride raw material, the high grade powder manufactured with reduction nitriding or direct nitriding was used. In each powder, the content of Si, Fe, calcium, Mg, K, Na, Cr, Mn, nickel, Cu, Zn, W, B, and Y is 100 ppm or less,

[http://www4.ipdl.ncipi.go.jp/cgi-bin/tran\\_web.cgi\\_ejje](http://www4.ipdl.ncipi.go.jp/cgi-bin/tran_web.cgi_ejje)

2008/02/13

In the obtained sintered compact, crystal phases other than an AlN crystal phase are only AlON (a), and the carbon phase was not detected by X-ray diffraction analysis. This color tone was gray. In the experiment A2 of this invention within the limits, the amount of carbon is set to 500 ppm, burning temperature is made into 1800 degrees C, and it is a pressure 100kg/cm<sup>2</sup> it carried out. In the obtained sintered compact, the AlON crystal phase and the carbon phase were detected. The color tone of this sintered compact was a black ash color, and lightness was N3.5. In experiment A3 besides this invention, the amount of carbon is set to 750 ppm, burning temperature is made into 1700 degrees C, and it is a pressure 200kg/cm<sup>2</sup> it carried out. The carbon phase was not detected in the obtained sintered compact. The color tone of this sintered compact was white.

[0044] In experiment A4 in this invention, the amount of carbon is set to 750 ppm, burning temperature is made into 1750 degrees C, and it is a pressure 150kg/cm<sup>2</sup> it carried out. In the obtained sintered compact, the AlON crystal phase and the carbon phase were detected. The color tone of this sintered compact was a black ash color, and lightness was N4. In experiment A5 in this invention, the amount of carbon is set to 750 ppm, burning temperature is made into 1850 degrees C, and it is a pressure 50kg/cm<sup>2</sup> it carried out. It sets to the obtained sintered compact and is x (AlN)(aluminum2 OC)-x besides an AlON crystal phase and a carbon phase. The phase was detected. For this reason, although the color tone of a sintered compact had become gray, as mentioned above, it checked that black-ization of a matrix was advancing notably. The result also with the good experiments A8 and A7 in this invention was obtained.

[0045] In the experiment A8 besides this invention, the amount of carbon is set to 750 ppm, burning temperature is made into 1950 degrees C, and it is a pressure 150kg/cm<sup>2</sup> it carried out. In the obtained sintered compact, it had become a polypolyte except the AlN crystal phase. The color tone of this sintered compact was opalescence, and lightness was N8. The good result was obtained in experiment A9 in this invention, the experiment A10, and the experiment A11. In the experiment A12 in this invention, the amount of carbon is set to 10000 ppm, burning temperature is made into 1800 degrees C, and it is a pressure 200kg/cm<sup>2</sup> it carried out. In the obtained sintered compact, the carbon phase was generated and black-ization of a matrix was advancing notably. However, since porosity increased, the lightness of the part and the whole sintered compact had been set to N5.

[0046] Among these, the X diffraction chart of the sintered compact of experiment A8 is shown in drawing 1. Each peak which shows AlN, AlON, and a carbon phase is checked. Moreover, the microphotography in which the ceramic organization of the sintered compact of experiment A8 is shown is shown in drawing 3, and the ceramic organization near [ this ] a grain boundary is shown in drawing 4. The same X diffraction chart and the same crystalline structure were checked also about the sintered compact of experiment A2, experiment A4, experiment A7, experiment A9, experiment A10, and experiment A11.

[0047] The ceramic organization of the sintered compact of experiment A5 is shown in drawing 6 RD 6, and this enlarged drawing is shown in drawing 7. The X-ray-diffraction-analysis result of a matrix part and the analysis result of the absorption spectrum of the light were the same as that of the thing of experiment A8 during this organization. However, x(aluminum2 OC)-x which looks black to in this matrix (AlN) The phase existed, few openings existed between this crystal grain child and an AlN crystal phase, light was scattered on it in this opening, and it has shone white. The organization of the matrix of this sintered compact is the thing of the aluminum nitride sintered compact of the invention in this application fundamentally, and black-ization is seen relatively and is advancing. However, the lightness of a sintered compact is going up to N5 by the aforementioned scattered light.

[0048] Subsequently, the experiment which heat-treats the sintered compact of the aforementioned experiment A8 in nitrogen-gas-atmosphere mind was conducted. When this sintered compact was heat-treated at 1850 degrees C for 2 hours, only the periphery part of a sintered compact changed to the yellowish-white color, and the color tone and lightness for a core did not change. From the X-ray-diffraction-analysis result of the part colored the yellowish-white color, this main crystal phase is an AlN crystal phase, and the peak of an AlON phase and carbon is extinguished and is no longer detected. Change was not looked at by

[http://www4.ipdl.ncipi.go.jp/cgi-bin/tran\\_web.cgi\\_ejje](http://www4.ipdl.ncipi.go.jp/cgi-bin/tran_web.cgi_ejje)

2008/02/13

respectively, and any metals other than aluminum were not detected other than these. About each example of an experiment, a carbon content is shown in Table 1 and Table 2.

[0040] By carrying out 1 shaft pressing of each raw material powder, the performing object of a disk configuration was manufactured and hotpress baking of this was carried out in the state of seal. The holding time in the burning temperature in this baking phase and each burning temperature and a pressure were changed as shown in Table 1 and Table 2. About the aluminum nitride sintered compact of each example, the main crystal phase of a sintered compact and other crystal phases were measured by X-ray diffraction analysis. Moreover, the relative density of a sintered compact — from bulk density/theoretical density — computing — this bulk density — Archimedes — it measured by law. Since the theoretical density of a sintered compact does not contain sintering acid with a big consistency, it is 3.26g/cc. The amount of carbon in a sintered compact was measured by elemental analysis. The color tone of a sintered compact was measured by viewing, and lightness was measured as mentioned above.

[Table 1]

	実験A1	実験A2	実験A3	実験A4	実験A5	実験A6
A1原料粉末	還元酸化	還元酸化	還元酸化	還元酸化	還元酸化	還元酸化
カーボンの量 (ppm)	150	500	750	750	750	750
焼成温度 (°C)	1800	1800	1700	1750	1850	1800
保持時間 (時間)	2	1	2	2	2	3
圧力 (kg/cm <sup>2</sup> )	200	100	200	150	50	200
主結晶相	AlN	AlN	AlN	AlN	AlN	AlN
その他の結晶相	ALON	ALON	ALON	ALON	ALON	ALON
相対密度 (%)	98.5	98.0	97.0	98.5	97.0	98.5
焼成後のカーボンの量 (ppm)	150	500	740	750	750	750
焼成後の色調	灰色	黒灰色	白色	黒灰色	灰色	黒灰色
焼成後の明度	N3.0	N3.5	N8.5	N4.0	N3.0	N3.0

[0042]

[Table 2]

	実験A7	実験A8	実験A9	実験A10	実験A11	実験A12
A1原料粉末	還元酸化	還元酸化	還元酸化	還元酸化	還元酸化	還元酸化
カーボンの量 (ppm)	750	750	1000	5000	5000	10000
焼成温度 (°C)	1820	1950	1800	1800	1800	1800
保持時間 (時間)	1	4	2	2	2	2
圧力 (kg/cm <sup>2</sup> )	200	150	200	250	250	200
主結晶相	AlN	AlN	AlN	AlN	AlN	AlN
その他の結晶相	ALON	ALON	ALON	ALON	ALON	ALON
相対密度 (%)	95.0	99.5	97.8	95.0	92.0	90.0
焼成後のカーボンの量 (ppm)	750	702	950	4800	4200	9800
焼成後の色調	黒灰色	乳白色	黒灰色	黒灰色	灰色	灰色
焼成後の明度	N4.0	N8.0	N2.5	N1.5	N1.0	N5.0

[0043] In the experiment A1 besides this invention, the amount of carbon is set to 150 ppm, burning temperature is made into 1800 degrees C, and it is a pressure 200kg/cm<sup>2</sup> it carried out.

[http://www4.ipdl.ncipi.go.jp/cgi-bin/tran\\_web.cgi\\_ejje](http://www4.ipdl.ncipi.go.jp/cgi-bin/tran_web.cgi_ejje)

2008/02/13

relative density and the lattice constant ratio.

[0049] Near the front face of the sintered compact of experiment A8, it is thought [ the oxygen in nitrogen-gas-atmosphere mind, the oxygen of an AlON phase, and ] that carbon dissolved to AlN crystal grain further. Inside a sintered compact, advance of such a reaction is considered to be a late thing.

[0050] ((B) Experiment) Each aluminum nitride sintered compact of the experiments B1-B15 of Table 3, Table 4, and Table 5 was actually manufactured like Experiment A. As an aluminum nitride raw material, the high grade powder manufactured with reduction nitriding or direct nitriding was used. In each powder, the content of Si, Fe, calcium, Mg, K, Na, Cr, Mn, nickel, Cu, Zn, W, B, and Y is 100 ppm or less, respectively, and any metals other than aluminum were not detected other than these.

[0051] In the experiment B1, the aluminum nitride powder (the amount of carbon of 500 ppm) obtained by reduction nitriding was used. In other experiments, many additives were added relatively [ a carbon content ] to the aluminum nitride powder of each carbon content. As this additive, in some examples of an experiment, resin was used and many aluminum nitride powder was used relatively [ a carbon content ] by other examples of an experiment. As the aforementioned resin, the powder of phenol resin was used and the addition was displayed. What was obtained by reduction nitriding was used as the aforementioned aluminum nitride powder, and the carbon content and addition were displayed. Moreover, the total amount (ppm) of carbon of the raw material powder after mixing was displayed.

[0052] By carrying out 1 shaft pressing of each raw material powder, the performing object of a disk configuration was manufactured and hotpress baking of this was carried out in the state of seal. The holding time in the burning temperature in this baking phase and each burning temperature and a pressure were changed as shown in Table 3, Table 4, and Table 5. About the aluminum nitride sintered compact of each example, the main crystal phase of a sintered compact and other crystal phases were measured by X-ray diffraction analysis. Moreover, the relative density of a sintered compact, a color tone, and lightness were measured by the same approach as Experiment A.

[0053]

[Table 3]

	実験B1	実験B2	実験B3	実験B4	実験B5
A1原料粉末	還元酸化	還元酸化	還元酸化	還元酸化	還元酸化
カーボンの量 (ppm)	500	500	500	500	500
焼成温度 (°C)	1800	1800	1800	1750	1800
保持時間 (時間)	2	2	1	2	2
圧力 (kg/cm <sup>2</sup> )	200	200	200	200	200
主結晶相	AlN	AlN	AlN	AlN	AlN
その他の結晶相	ALON	ALON	ALON	ALON	ALON
相対密度 (%)	99.0	99.5	99.5	99.4	98.5
焼成後のカーボンの量 (ppm)	500	500	500	720	520
焼成後の色調	黒灰色	黒灰色	黒灰色	黒灰色	黒灰色
焼成後の明度	N4.0	N4.5	N4.0	N4.0	N4.0

[0054]

[Table 4]

[http://www4.ipdl.ncipi.go.jp/cgi-bin/tran\\_web.cgi\\_ejje](http://www4.ipdl.ncipi.go.jp/cgi-bin/tran_web.cgi_ejje)

2008/02/13

BEST AVAILABLE COPY

	実験06	実験07	実験08	実験09	実験10
A1N粉末 カーボンの量	還元型化 0.0	還元型化 5.0	還元型化 4.0	還元型化 3.0	還元型化 2.0
添加物 カーボンの 添加量 (重量%)	50000 0.05	50000 8.45	A1N粉末 10000 1.5	A1N粉末 20000 2.0	A1N粉末 20000 2.0
電カージン量	850	750	640	1285	1285
焼成温度 (°C)	1800	1850	1800	1800	1800
保持時間 (時間)	2	1	1	80	70
圧力 (kg/cm <sup>2</sup> )	200	200	250	150	100
主焼品相	A1N	A1N	A1N	A1N	A1N
その他の焼品相	ALON カーボン	ALON	ALON カーボン	ALON カーボン	ALON カーボン Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
焼成率 (%)	98.5	95.0	95.0	97.2	98.3
焼成後のカー ボンの量 (ppm)	840	750	840	1270	1240
焼成後の色調	灰白色	白色	灰白色	灰色	灰色
焼成後の硬度	N4.0	N5.0	N4.0	N3.5	N5.0

[0055]

Table 5]

	実験011	実験012	実験013	実験014	実験015
A1N粉末 カーボンの量	還元型化 3.0	還元型化 3.0	還元型化 3.0	還元型化 1.0	還元型化 4.0
添加物 カーボンの 添加量 (重量%)	A1N粉末 20000 2.0	50000 0.2	A1N粉末 20000 2.0	A1N粉末 40000 1.0	A1N粉末 40000 1.0
電カージン量	1285	1285	1701	4900	7630
焼成温度 (°C)	1840	1800	1800	1800	1800
保持時間 (時間)	1	2	2	2	2
圧力 (kg/cm <sup>2</sup> )	100	200	280	200	250
主焼品相	A1N	A1N	A1N	A1N	A1N
その他の焼品相	ボリタイプ カーボン	ALON カーボン	ALON カーボン	ALON Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	ALON カーボン
焼成率 (%)	98.0	96.0	97.0	95.2	98.3
焼成後のカー ボンの量 (ppm)	1208	1280	1730	4500	7200
焼成後の色調	乳白色	灰色	灰色	灰色	灰色
焼成後の硬度	N7.0	N3.5	N3.5	N3.5	N5.0

[0056] In the experiment B1 in this invention, the aluminum nitride sintered compact of a black ash color was obtained. In experiment B-2 in this invention, B3, B4, B5, and B6, the aluminum nitride sintered compact which all has the color tone of a black ash color was obtained. In the experiment B7 besides this invention, in order that the eburation of a sintered compact might not advance since burning temperature is as low as 1850 degrees C, and a carbon phase might not generate, the color tone of a sintered compact became white. The sintered compact of a black ash color was obtained in the experiments B8 and B9 in this invention. The experiment B10 in this invention — a pressure — 70kg/cm<sup>2</sup> it is — although — in the obtained sintered compact, although the carbon phase was generated and black-ization of a matrix was advancing, the lightness of the whole sintered compact was going up. The ceramic organization of this sintered compact is x1(aluminum2 OC)-x which looks black between matrices (A1N) like the sintered compact of experiment A5. The phase existed, few openings existed between this crystal grain child and an A1N crystal phase, light was scattered on it in this opening, and it had

shone white.

[0057] In the experiment B11 besides this invention, since burning temperature was too high, it became a polytype except the A1N crystal phase, and the color tone of a sintered compact became opalescence. In the experiments B12, B13, and B14 in this invention, the aluminum nitride sintered compact which has the color tone of a black ash color was obtained. In the experiment B15 in this invention, the total amount of carbon of the whole aluminum nitride raw material powder is 7800 ppm, and the A1ON crystal phase and the carbon phase were generating as crystal phases other than an A1N crystal phase. However, since sintering of a sintered compact did not advance but relative density had stopped to 88.0%, lightness was N5.

[0058] (Heating experiment of a wafer) With the aluminum nitride sintered compact manufactured by the experiment A6 of this invention, the plate with a diameter [ of 210mm ] and a thickness of 10mm was prepared, and it installed in the vacuum chamber equipped with the heating device according this plate to an infrared lamp. The silicon wafer with a diameter of 8 inches was put on this plate, and the thermocouple for measuring each temperature of a plate and a silicon wafer to coincidence was attached. As this infrared lamp, 20 things which have an infrared peak were attached before and after 500 the wavelength of 1 micrometer of W at the reflecting plate made from aluminum, and this reflecting plate and each lamp were installed in the outside of a vacuum chamber.

[0059] Directly, after being reflected by the reflecting plate, the infrared radiation emitted from each infrared lamp passes the circular quartz aperture (5mm in the diameter of 250mm, thickness) prepared in the vacuum chamber, reaches an aluminum nitride plate, and heats this plate.

[0060] Each infrared lamp was made to generate heat, the temperature of a plate was raised in 11 minutes from a room temperature to 700 degrees C, it held at 700 degrees C for 1 hour, the infrared lamp was suspended next, and the plate was made to cool gradually in this heating apparatus. Consequently, the power consumption of an infrared lamp was maximum 8600W, and the stable temperature control was possible for it. Moreover, when the temperature of a silicon wafer was measured and the temperature of a plate was held at 700 degrees C, the temperature of a silicon wafer was 811 degrees C.

[0061] Moreover, when the experiment same about experiment A2, A9, and the aluminum nitride sintered compact of A10 and A11 was conducted, the same result as the above was obtained.

[0062] (Heating experiment by the example of a comparison) next, the aluminum nitride powder which was obtained with reduction nitriding and whose carbon content is 750 ppm — using it — this powder — the cold isostatic press method — 3 t/cm<sup>2</sup> It pressurized under the pressure and the Plastic solid of a disk configuration was manufactured, this Plastic solid was calcinated at 1900 degrees C for 2 hours, and the white aluminum nitride sintered compact whose consistency is 99.4% was manufactured. This sintered compact was used and the heating experiment of a silicon wafer was conducted like the above.

[0063] Consequently, power consumption was set to a maximum of 10kW, and 2-minute room [ about ] delay was looked at by temperature rise time. Moreover, when the temperature rise between a room temperature and 700 degrees C and the heat cycle of descent were repeated as mentioned above, it was easy to produce an open circuit of an infrared lamp. Moreover, when the temperature of a silicon wafer was measured and the temperature of a plate was held at 700 degrees C, the temperature of a silicon wafer is 593 degrees C, and it became clear that the temperature of a silicon wafer was also falling as compared with the above-mentioned example of this invention.

[0064] (Laying-under-the-ground experiment of an electrode and a resistance heating element) Aluminum nitride powder with a carbon content of 750 ppm manufactured with reduction nitriding was used like the experiment A6 of this invention, the coil (resistance exotherm) which consists of a wire with a diameter [ made from molybdenum ] of 0.5mm was laid underground into this powder, and the electrode made from the molybdenum of the shape of a cylindrical shape with a diameter [ of 5mm ] and a die length of 10mm was connected and laid under the coil of a parenthesis. 1 shaft pressing of this laying-under-the-ground object was carried out, and the Plastic solid of a disk configuration was acquired. Under the present circumstances, the

http://www4.ipdl.ncipi.go.jp/cgi-bin/tran\_web.cgi.ejje

2006/02/13

http://www4.ipdl.ncipi.go.jp/cgi-bin/tran\_web.cgi.ejje

2006/02/13

superficial configuration of the coil laid underground into the Plastic solid was made into the shape of spiral shape.

[0065] It is the Plastic solid of a disk configuration at 1800 degrees C by hot pressing 3 hours and 200kg/cm<sup>2</sup>. The aluminum nitride sintered compact was obtained by holding under a pressure. Into this aluminum nitride sintered compact, an aforementioned resistance heating element and an aforementioned molybdenum electrode are laid underground. This molybdenum electrode can be used as an electrostatic chuck electrode, and can be used as an electrode for RFs.

[0066]

[Effect of the Invention] Without adding metallic compounds like sintering acid or a black-ized agent, especially a heavy metal compound to aluminum nitride according to this invention, as stated above, lightness of an aluminum nitride sintered compact can be made small, and the color can be brought close black.

[Translation done.]

BEST AVAILABLE COPY

\* NOTICES \*

JPO and NCIP1 are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

---

DESCRIPTION OF DRAWINGS

---

[Brief Description of the Drawings]

[Drawing 1] It is the chart which shows the result of X-ray diffraction analysis of the alumimium nitride sintered compact concerning the example of this invention.

[Drawing 2] It is the chart which shows the result of X-ray diffraction analysis of the alumimium nitride sintered compact concerning the example of a comparison.

[Drawing 3] It is the electron microscope photograph in which the ceramic organization of the alumimium nitride sintered compact concerning the example of this invention is shown.

[Drawing 4] In the alumimium nitride sintered compact concerning the example of this invention, it is the electron microscope photograph in which the surrounding ceramic organization of the grain boundary of the particle of an AlN crystal phase is shown.

[Drawing 5] In the alumimium nitride sintered compact concerning the example of a comparison, it is the electron microscope photograph in which the surrounding ceramic organization of the grain boundary of the particle of an AlN crystal phase is shown.

[Drawing 6] It is  $x(\text{AlN})_1(\text{aluminum2 OC})-x$  between the matrices which consist of a particle of an AlN crystal phase. It is the electron microscope photograph in which the ceramic organization in the condition that the particle of a phase is generating is shown.

[Drawing 7] The matrix of drawing 6 , and  $(\text{AlN}) x_1(\text{aluminum2 OC})-x$  It is the electron microscope photograph of the ceramic organization which expands and shows the particle of a phase.

---

[Translation done.]